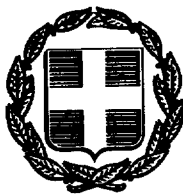




ΕΦΗΜΕΡΙΣ ΤΗΣ ΚΥΒΕΡΝΗΣΕΩΣ

ΤΗΣ ΕΛΛΗΝΙΚΗΣ ΔΗΜΟΚΡΑΤΙΑΣ

ΤΕΥΧΟΣ ΔΕΥΤΕΡΟ — Αρ. Φύλλου 1084

3 Δεκεμβρίου 1996

ΥΠΟΥΡΓΙΚΕΣ ΑΠΟΦΑΣΕΙΣ & ΕΓΚΡΙΣΕΙΣ

Αριθ. 456/1996

Συμπλήρωση της 1443/1989 απόφασης Ανωτάτου Χημικού Συμβουλίου (ΦΕΚ 564/Β'/1990) η οποία τροποποιήθηκε με την 839/1991 απόφαση του Ανωτάτου Χημικού Συμβουλίου (ΦΕΚ 27/Β'/1992) και συμπληρώθηκε με την 916/1993 απόφαση του Ανωτάτου Χημικού Συμβουλίου (ΦΕΚ 50/Β'/1994) σε εναρμόνιση προς την Οδηγία 95/8/Ε.Κ.

ΟΙ ΥΠΟΥΡΓΟΙ ΕΘΝΙΚΗΣ ΟΙΚΟΝΟΜΙΑΣ, ΟΙΚΟΝΟΜΙΚΩΝ ΚΑΙ ΓΕΩΡΓΙΑΣ

Έχοντας υπόψη:

1. Το έγγραφο της Διεύθυνσης Πρώτων Υλών και Βιομηχανικών Προϊόντων του Γενικού Χημείου του Κράτους αριθ. οικ. 666/1996.

2. Τις διατάξεις του άρθρου 1 (παρ. 1 και 3) του Ν. 1338/1983 «Εφαρμογή του Κοινοτικού Δικαίου» (ΦΕΚ 34/Α/1983) όπως τροποποιήθηκε από το άρθρο 6 του Ν. 1440/1984 «Συμμετοχή της Ελλάδος στο Κεφάλαιο, στα αποθεματικά και στις προβλέψεις της Ευρωπαϊκής Τράπεζας Επενδύσεων, στο Κεφάλαιο της Ευρωπαϊκής Κοινότητος Άνθρακος και Χάλυβος και του Οργανισμού Εφοδιασμού ΕΥΡΑΤΟΜ» (ΦΕΚ 70/Α/1984) καθώς και το άρθρο 65 του Ν. 1892/1990 (ΦΕΚ 101/Α/1990).

3. Το εδάφιο δ της παρ. 8 του άρθρου 6 του Νόμου 4328/1929 (ΦΕΚ 272/Α/1929) «Περί συστάσεως Γενικού Χημείου του Κράτους», όπως αντικαταστάθηκε από την παράγραφο 6 του άρθρου 11 του Νόμου 2343/95, (ΦΕΚ 211/Α/11.10.1995).

4. Το άρθρο 4 του Διατάγματος της 31ης Οκτωβρίου 1929 «Περί Κανονισμού της λειτουργίας και των εργασιών του Ανωτάτου Χημικού Συμβουλίου» (ΦΕΚ 391/Α/1929).

5. Το άρθρο 1 του Νόμου 115/1975 «Περί τροποποιήσεως διατάξεων τινων του Ν. 4328/1929» (ΦΕΚ 172/Α/1975).

6. Τα Π.Δ. 284/1988 και 543/1989 «Οργανισμός του Υπουργείου Οικονομικών» (ΦΕΚ 128 και 165/Α/1988 και 224/Α/1989).

7. Την απόφαση 1078204/927/0006Α/6.8.1992 «Περιορισμός Συλλογικών Οργάνων του Υπουργείου Οικονομικών» των Υπουργών Προεδρίας και Οικονομικών» (ΦΕΚ 517/Β/1992).

8. Την υπ' αριθ. 1107147/1239/0006Α/4.10.1996 κοινή απόφαση του Πρωθυπουργού και του Υπουργού Οικονομικών «Ανάθεση αρμοδιοτήτων Υπουργού Οικονομικών στους Υφυπουργούς Οικονομικών» (ΦΕΚ 922/Β/1996).

9. Τις διατάξεις του άρθρου 29Α του Ν. 1558/1985 (ΦΕΚ 137/Α/1985) όπως το άρθρο αυτό προστέθηκε με το άρθρο 27 του Ν. 2081/1992 (ΦΕΚ 154/Α/1992) και το γεγονός ότι από την παρούσα απόφαση δεν προκαλείται δαπάνη σε βάρος του Κρατικού Προϋπολογισμού, αποφασίζουμε:

Ι. Εγκρίνουμε την απόφαση 456/1996 του Ανωτάτου Χημικού Συμβουλίου, η οποία λήφθηκε κατά τη συνεδρίαση της 7.5.1996 και η οποία έχει ως εξής:

ΓΕΝΙΚΟ ΧΗΜΕΙΟ ΚΡΑΤΟΥΣ
ΑΝΩΤΑΤΟ ΧΗΜΙΚΟ ΣΥΜΒΟΥΛΙΟ

Εγκρίνουμε τη συμπλήρωση του Παραρτήματος ΙΙ της 1443/1989 απόφασης Α.Χ.Σ., ΦΕΚ 564/Β/1990, η οποία τροποποιήθηκε και συμπληρώθηκε με τις αποφάσεις Α.Χ.Σ. 839/1991 (ΦΕΚ 27/Β/1992) και 916/1993 (ΦΕΚ 50/Β/1994), με την προσθήκη μεθόδων ανάλυσης 10.1 έως 10.11, των ιχνοστοιχείων των οποίων η συγκέντρωση είναι μεγαλύτερη από 10% σε λιπάσματα ΕΟΚ, σε εναρμόνιση προς την οδηγία 95/8/Ε.Κ. (ΕΕ L 86/41 της 20.4.95), ως εξής:

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ

«Μέθοδοι 10

ΙΧΝΟΣΤΟΙΧΕΙΑ ΣΕ ΣΥΓΚΕΝΤΡΩΣΗ ΜΕΓΑΛΥΤΕΡΗ ΑΠΟ 10 %

Μέθοδος 10.1

ΕΚΧΥΛΙΣΗ ΤΩΝ ΟΛΙΚΩΝ ΙΧΝΟΣΤΟΙΧΕΙΩΝ

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος εκχύλισης των παρακάτω ιχνοστοιχείων: ολικού βορίου, κοβαλτίου, χαλκού, σιδήρου, μαγγανίου, μολυβδαινίου και ψευδαργύρου. Στόχος είναι να γίνονται ελάχιστες εκχυλίσεις, ώστε να χρησιμοποιείται, κατά το μέτρο του δυνατού, το ίδιο εκχύλισμα προκειμένου να προσδιοριστεί η ολική περιεκτικότητα σε καθένα από τα ιχνοστοιχεία αυτά.

2. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα λιπάσματα ΕΟΚ που καλύπτονται από την οδηγία 89/530/ΕΟΚ του Συμβουλίου και περιέχουν ένα ή περισσότερα από τα παρακάτω ιχνοστοιχεία: βόριο, κοβάλτιο, χαλκό, σίδηρο, μαγγάνιο, μολυβδαίνιο και ψευδάργυρο. Ισχύει για κάθε ιχνοστοιχείο, του οποίου η δηλούμενη περιεκτικότητα είναι μεγαλύτερη από 10 %.

3. ΑΡΧΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Διαλυτοποίηση σε αραιό ζέον υδροχλωρικό οξύ.

Σημείωση: Η εκχύλιση είναι εμπειρική και μπορεί να μην είναι ποσοτική, ανάλογα με το προϊόν ή τα υπόλοιπα συστατικά του λιπάσματος. Ειδικότερα, στην περίπτωση ορισμένων οξειδίων του μαγγανίου, οι εκχυλιζόμενες ποσότητες μπορεί να είναι αισθητά χαμηλότερες από τη συνολική περιεκτικότητα του μαγγανίου στο προϊόν. Είναι καθήκον των κατασκευαστών λιπασμάτων να εξασφαλίζουν ότι η δηλούμενη περιεκτικότητα αντιστοιχεί πραγματικά στην ποσότητα που μπορεί να διαλυτοποιηθεί στις συνθήκες της μεθόδου.

4. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

4.1. Διάλυμα αραιού υδροχλωρικού οξέος (HCl), περίπου 6 M

1 όγκος υδροχλωρικού οξέος (d = 1,18 g/ml) αναμειγνύεται με 1 όγκο νερού.

4.2. Πυκνό διάλυμα υδροξειδίου του αμμωνίου (NH_4OH, d = 0,9 g/ml).

5. ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ ΣΚΕΥΗ ΚΑΙ ΟΡΓΑΝΑ

5.1. Ηλεκτρική θερμαντική εστία ρυθμιζόμενης θερμοκρασίας.

5.2. Πεχάμετρο

Σημείωση: Αν προβλέπεται ποσοτική ανάλυση του βορίου στο εκχύλισμα, απαγορεύεται να χρησιμοποιηθούν σκεύη από βοριοπυριτικό γυαλί. Για την εκχύλιση αυτή σε θερμοκρασία βρασμού, κατάλληλα υλικά είναι το τεφλόν ή το διοξείδιο του πυριτίου. Όταν για τον καθορισμό των γυάλινων σκευών χρησιμοποιούνται απορρυπαντικά που περιέχουν βορικά άλατα, τα σκεύη αυτά πρέπει να εκπλύνονται σχολαστικά.

6. ΠΡΟΕΤΟΙΜΑΣΙΑ ΤΟΥ ΔΕΙΓΜΑΤΟΣ

Βλέπε μέθοδο αριθ. 1 (Οδηγία 77/535/ΕΟΚ).

7. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

7.1. **Δείγμα ανάλυσης**

Λαμβάνεται ποσότητα λιπάσματος μεταξύ 1 και 2 g ανάλογα με τη δηλούμενη περιεκτικότητα του προϊόντος στο εκάστοτε στοιχείο. Χρησιμοποιείται ο παρακάτω πίνακας για να ληφθεί ένα τελικό διάλυμα, το οποίο, μετά από κατάλληλη αραίωση, περικλείεται από πλευράς συγκέντρωσης στην περιοχή μετρήσεων κάθε μεθόδου. Τα δείγματα ζυγίζονται με ακρίβεια 1 mg.

Δηλούμενη περιεκτικότητα του λιπάσματος σε ιχνοστοιχείο (%)	> 10 < 25	≥ 25
Δείγμα ανάλυσης (g)	2	1
Μάζα του στοιχείου στο δείγμα ανάλυσης (mg)	> 200 < 500	≥ 250
Όγκος του εκχυλίσματος V (ml)	500	500
Συγκέντρωση του στοιχείου στο εκχύλισμα (mg/l)	> 400 < 1 000	≥ 500

Τα δείγματα φέρονται σε ποτήρια ζέσεως των 250 ml.

7.2. Διαλυτοποίηση

Το δείγμα ανάλυσης υγραίνεται, εφόσον είναι απαραίτητο, με λίγο νερό και προστίθενται πρώτα, σε μικρές δόσεις και με προσοχή, 10 ml αραιού υδροχλωρικού οξέος (4.1) ανά γραμμάριο χρησιμοποιούμενου λιπάσματος και, κατόπιν, 50 ml νερού. Το ποτήρι ζέσεως καλύπτεται με γυαλί ρολογιού και το περιεχόμενό τους αναμειγνύεται. Το σύνολο θερμαίνεται στη θερμαντική εστία μέχρι βρασμού, ο οποίος διατηρείται για μισή ώρα. Αφήνεται να ψυχθεί ενώ ανακινείται κατά διαστήματα. Μεταγγίζεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 500 ml. Ο όγκος συμπληρώνεται με νερό. Το διάλυμα ομοιογενοποιείται και διηθείται με ξηρό ηθμό σε ξηρό υποδοχέα. Οι πρώτες ποσότητες διηθήματος απορρίπτονται. Το εκχύλισμα πρέπει να είναι απόλυτα διαυγές.

Συνίσταται να εκτελούνται οι ποσοτικές αναλύσεις το ταχύτερο δυνατόν σε κατάλληλες ποσότητες του διαυγούς διηθήματος. Σε αντίθετη περίπτωση, ο υποδοχέας πρέπει να πωματίζεται.

Παρατήρηση: εκχυλίσματα στα οποία πρέπει να προσδιοριστεί η περιεκτικότητα σε βόριο, πρέπει να ρυθμιστεί το pH των εκχυλισμάτων αυτών σε μια τιμή μεταξύ 4 και 6 με πυκνό διάλυμα αμμωνίας (4.2).

8. ΠΟΣΟΤΙΚΟΙ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΙ

Ο προσδιορισμός κάθε ιχνοστοιχείου πραγματοποιείται σε κατάλληλες ποσότητες ανάλογα με τις ειδικές μεθόδους για τα στοιχεία αυτά.

Οι μέθοδοι 10.5, 10.6, 10.7, 10.9 και 10.10 δεν μπορούν να χρησιμοποιηθούν για τον προσδιορισμό στοιχείων που περιέχονται σε μορφή χημικού ή άλλου συμπλόκου. Στις περιπτώσεις αυτές, πρέπει πριν από τον προσδιορισμό να χρησιμοποιείται η μέθοδος 10.3.

Προκειμένου για ποσοτική ανάλυση με φασματομετρία ατομικής απορροφήσεως (μέθοδοι 10.8 και 10.11), η κατεργασία αυτή είναι κατά κανόνα περιττή.

Μέθοδος 10.2

ΕΚΧΥΛΙΣΗ ΤΩΝ ΥΔΑΤΟΔΙΑΛΥΤΩΝ ΙΧΝΟΣΤΟΙΧΕΙΩΝ

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος εκχύλισης των υδατοδιαλυτών μορφών των παρακάτω ιχνοστοιχείων: βορίου, κοβαλτίου, χαλκού, σιδήρου, μαγγανίου, μολυβδαινίου και ψευδαργύρου. Στόχος είναι να γίνονται ελάχιστες εκχυλίσεις, ώστε να χρησιμοποιείται, κατά το δυνατόν, το ίδιο εκχύλισμα προκειμένου να προσδιοριστεί η ολική περιεκτικότητα σε καθένα από τα ιχνοστοιχεία αυτά.

2. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα λιπάσματα ΕΟΚ που καλύπτονται από την οδηγία 89/530/ΕΟΚ του Συμβουλίου και περιέχουν ένα ή περισσότερα από τα παρακάτω ιχνοστοιχεία: βόριο, κοβάλτιο, χαλκό, σίδηρο, μαγγάνιο, μολυβδαίνιο και ψευδάργυρο. Ισχύει για κάθε ιχνοστοιχείο, του οποίου η δηλούμενη περιεκτικότητα είναι μεγαλύτερη από 10 %.

3. ΑΡΧΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Τα ιχνοστοιχεία εκχυλίζονται με ανάδευση του λιπάσματος μέσα σε νερό σε θερμοκρασία 20 ± 2° C.

Σημείωση: Η εκχύλιση είναι εμπειρική και μπορεί να μην είναι ποσοτική.

4. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

4.1. Διάλυμα αραιού υδροχλωρικού οξέος (HCl), περίπου 6 M

1 όγκος υδροχλωρικού οξέος (d = 1,18 g/ml) αναμειγνύεται με 1 όγκο νερού.

5. ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ ΣΚΕΥΗ ΚΑΙ ΟΡΓΑΝΑ

Περιστρεφόμενος αναδευτήρας ρυθμιζόμενος στις 35 έως 40 περίπου στροφές ανά λεπτό.

Σημείωση: Αν προβλέπεται ποσοτική ανάλυση του βορίου στο εκχύλισμα, απαγορεύεται να χρησιμοποιηθούν σκεύη από βοριοπυριτικό γυαλί. Για την εκχύλιση αυτή κατάλληλα υλικά είναι το τεφλόν ή το διοξείδιο του πυριτίου. Όταν για τον καθορισμό των γυάλινων σκευών χρησιμοποιούνται απορρυπαντικά που περιέχουν βορικά άλατα, τα σκεύη αυτά πρέπει να εκπλύνονται σχολαστικά.

6. ΠΡΟΕΤΟΙΜΑΣΙΑ ΤΟΥ ΔΕΙΓΜΑΤΟΣ

Βλέπε μέθοδο αριθ. 1 (Οδηγία 77/535/ΕΟΚ).

7. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

7.1. Δείγμα ανάλυσης

Λαμβάνεται ποσότητα λιπάσματος μεταξύ 1 και 2 g ανάλογα με τη δηλούμενη περιεκτικότητα του προϊόντος στο εκάστοτε στοιχείο. Χρησιμοποιείται ο παρακάτω πίνακας για να ληφθεί ένα τελικό διάλυμα, το οποίο, μετά από κατάλληλη αραίωση, περικλείεται από πλευράς συγκέντρωσης στην περιοχή μετρήσεων κάθε μεθόδου. Τα δείγματα ζυγίζονται με ακρίβεια 1 mg.

Δηλούμενη περιεκτικότητα του λιπάσματος σε ιχνοστοιχείο (%)	> 10 < 25	≥ 25
Δείγμα ανάλυσης (g)	2	1
Μάζα του στοιχείου στο δείγμα ανάλυσης (mg)	> 200 < 500	≥ 250
Όγκος του εκχυλίσματος V (ml)	500	500
Συγκέντρωση του στοιχείου στο εκχύλισμα (mg/l)	> 400 < 1 000	≥ 500

Τα δείγματα φέρονται σε ποτήρια ζέσεως των 250 ml.

7.2. Διαλυτοποίηση

Προστίθενται περίπου 400 ml νερού. Η φιάλη πωματίζεται επιμελώς, ανακινείται ζωηρά με το χέρι, ώστε να επιτευχθεί καλή διασπορά του προϊόντος και τοποθετείται στον αναδευτήρα. Η συσκευή τίθεται σε λειτουργία για 30 λεπτά. Ο όγκος συμπληρώνεται με νερό και το εκχύλισμα ομοιογενοποιείται.

7.3. Παρασκευή του διαλύματος ανάλυσης

Ακολουθεί αμέσως διήθηση σε καθαρή και ξηρή φιάλη. Η φιάλη πωματίζεται. Συνιστάται να εκτελούνται οι ποσοτικές αναλύσεις το ταχύτερο δυνατόν μετά την διήθηση.

Σημείωση: Αν το διήθημα θολώνει προοδευτικά, επαναλαμβάνεται η εκχύλιση σύμφωνα με τα σημεία 7.1 και 7.2 σε ογκομετρική φιάλη όγκου V_e. Ένα μέρος του εκχυλίσματος διηθείται σε ξηρά ογκομετρική φιάλη όγκου W, στην οποία προηγουμένως έχουν τοποθετηθεί 5 ml αραιού διαλύματος υδροχλωρικού οξέος (4.1). Η διήθηση διακόπτεται ακριβώς τη στιγμή που ο όγκος του διηθήματος φθάνει τη χαραγή της φιάλης. Το διήθημα ομοιογενοποιείται.

Στις συνθήκες αυτές, η τιμή του V στην έκφραση των αποτελεσμάτων είναι:

$$V = V_e \times W/(W-5)$$

Αυτή είναι η τιμή του V που χρησιμοποιείται για τις αραιώσεις στην έκφραση των αποτελεσμάτων.

8. ΠΟΣΟΤΙΚΟΙ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΙ

Ο προσδιορισμός κάθε ιχνοστοιχείου πραγματοποιείται σε κατάλληλες ποσότητες ανάλογα με τις ειδικές μεθόδους για τα στοιχεία αυτά.

Οι μέθοδοι 10.5, 10.6, 10.7, 10.9 και 10.10 δεν μπορούν να χρησιμοποιηθούν για τον προσδιορισμό στοιχείων που περιέχονται σε μορφή χηλικού ή άλλου συμπλόκου. Στις περιπτώσεις αυτές, πρέπει πριν από τον προσδιορισμό να χρησιμοποιείται η μέθοδος 10.3.

Προκειμένου για ποσοτική ανάλυση με φασματομετρία ατομικής απορροφήσεως (μέθοδοι 10.8 και 10.11), η κατεργασία αυτή είναι κατά κανόνα περιττή.

Μέθοδος 10.3

ΑΠΟΜΑΚΡΥΝΣΗ ΤΩΝ ΟΡΓΑΝΙΚΩΝ ΕΝΩΣΕΩΝ ΑΠΟ ΤΑ ΕΚΧΥΛΙΣΜΑΤΑ ΛΙΠΑΣΜΑΤΩΝ

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ

Στο παρόν έγγραφο περιγράφεται μέθοδος απομάκρυνσης των οργανικών ενώσεων από τα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στις αναλύσεις εκχυλισμάτων που λαμβάνονται με τις μεθόδους 10.1 και 10.2 από λιπάσματα, για τα οποία η οδηγία 89/530/ΕΟΚ απαιτεί να δηλώνεται η περιεκτικότητα σε ολικά ή/και υδατοδιαλυτά στοιχεία.

Σημείωση: Στις περισσότερες περιπτώσεις, η παρουσία οργανικών υλών σε μικρή ποσότητα δεν επηρεάζει του προσδιορισμούς με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης.

3. ΑΡΧΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Οι οργανικές ενώσεις που περιέχονται σε κατάλληλη ποσότητα του εκχυλίσματος οξειδώνονται με υπεροξείδιο του υδρογόνου.

4. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

4.1. Διάλυμα αραιού υδροχλωρικού οξέος (HCl), περίπου 0,5 M

1 όγκος υδροχλωρικού οξέος (d = 1,18 g/ml) αναμειγνύεται με 20 όγκους νερού.

4.2. Διάλυμα υπεροξειδίου του υδρογόνου (H_2O_2 30 %, d = 1,11 g/ml), απαλλαγμένο από ιχνοστοιχεία.

5. ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ ΣΚΕΥΗ ΚΑΙ ΟΡΓΑΝΑ

Ηλεκτρική θερμαντική εστία ρυθμιζόμενης θερμοκρασίας.

6. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

Λαμβάνονται 25 ml από το διάλυμα της εκχύλισης που έχει προκύψει σύμφωνα με τη μέθοδο 10.1 ή τη μέθοδο 10.2 και φέρονται σε ποτήρι ζέσεως των 100 ml. Αν πρόκειται για εκχύλιση με τη μέθοδο 10.2, προστίθενται 5 ml διαλύματος αραιού υδροχλωρικού οξέως (4.1). Προστίθενται έπειτα 5 ml διαλύματος υπεροξειδίου του υδρογόνου (4.2). Το ποτήρι καλύπτεται με γυαλί ρολογιού. Η οξείδωση αφήνεται να συμπληρωθεί σε θερμοκρασία δωματίου 1 ώρα περίπου και, στη συνέχεια, το διάλυμα θερμαίνεται προοδευτικά μέχρι βρασμού, ο οποίος διατηρείται μισή ώρα. Αν είναι απαραίτητο, προστίθεται και πάλι 5 ml υπεροξειδίου του υδρογόνου στο διάλυμα, όταν αυτό κρυώσει. Κατόπιν, εκδιώκεται με βρασμό η περίσσεια υπεροξειδίου του υδρογόνου. Το διάλυμα αφήνεται να ψυχθεί, μεταγγίζεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 50 ml, ο όγκος του συμπληρώνεται με νερό και, αν είναι αναγκαίο, διηθείται.

Η παραπάνω αραίωση λαμβάνεται υπόψη στη λήψη των κατάλληλων ποσοτήτων και στον υπολογισμό της εκατοστιαίας αναλογίας του ιχνοστοιχείου στο προϊόν.

Μέθοδος 10.4

ΠΟΣΟΤΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΤΩΝ ΙΧΝΟΣΤΟΙΧΕΙΩΝ ΣΤΑ ΕΚΧΥΛΙΣΜΑΤΑ ΛΙΠΑΣΜΑΤΩΝ ΜΕ ΦΑΣΜΑΤΟΜΕΤΡΙΑ ΑΤΟΜΙΚΗΣ ΑΠΟΡΡΟΦΗΣΗΣ (ΓΕΝΙΚΟΣ ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ)

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ

Στο παρόν έγγραφο περιγράφεται ένας γενικός τρόπος εργασίας για την ποσοτική ανάλυση του σιδήρου και του ψευδαργύρου που περιέχονται στα εκχυλίσματα λιπασμάτων, με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης.

2. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στις αναλύσεις εκχυλισμάτων που λαμβάνονται με τις μεθόδους 10.1 και 10.2 από λιπάσματα, για τα οποία η οδηγία 89/530/ΕΟΚ απαιτεί να δηλώνεται η περιεκτικότητα σε ολικό ή/και υδατοδιαλυτό σίδηρο ή ψευδάργυρο.

Οι προσαρμογές αυτού του τρόπου εργασίας για την ανάλυση των διαφόρων ιχνοστοιχείων καθορίζονται στις σχετικές με το εκάστοτε στοιχείο μεθόδους.

Σημείωση: Στις περισσότερες περιπτώσεις, η παρουσία οργανικών υλών σε μικρή ποσότητα δεν επηρεάζει του προσδιορισμούς με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης.

3. ΑΡΧΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Μετά από κατεργασία ενδεχομένως του εκχυλίσματος για τη μείωση ή την απομάκρυνση των χημικών μορίων με παρεμποδιστική δράση, το εκχύλισμα αραιώνεται με τρόπο ώστε η συγκέντρωσή του να εμπίπτει στην περιοχή βέλτιστης απόκρισης του φασματομέτρου στο μήκος κύματος που είναι κατάλληλο για το προς ανάλυση ιχνοστοιχείο.

4. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

4.1. Διάλυμα αραιού υδροχλωρικού οξέος (HCl), περίπου 6 M

Αναμειγνύεται 1 όγκος υδροχλωρικού οξέος με 1 όγκο νερού.

4.2. Διάλυμα αραιού υδροχλωρικού οξέος (HCl), περίπου 0,5 M

Αναμειγνύεται 1 όγκος υδροχλωρικού οξέος με (d = 1,18 g/ml) με 20 όγκους νερού.

4.3. Διάλυμα άλατος του λανθανίου συγκεντρώσεως 10 g La ανά λίτρο

Το αντιδραστήριο αυτό χρησιμοποιείται στην ποσοτική ανάλυση του σιδήρου και του ψευδαργύρου. Μπορεί να παρασκευαστεί είτε:

α) από οξείδιο του λανθανίου διαλελυμένο με υδροχλωρικό οξύ (4.1). Σε ογκομετρική φιάλη του 1 λίτρου φέρονται 11,73 g οξειδίου του λανθανίου (La_2O_3) σε 150 ml νερού και, κατόπιν, προστίθενται 120 ml υδροχλωρικού οξέος 6 M (4.1). Το σύνολο αφήνεται σε ηρεμία για να ολοκληρωθεί η διαλυτοποίηση και στη συνέχεια συμπληρώνεται ο όγκος μέχρι το 1 λίτρο με νερό. Το διάλυμα ομοιογενοποιείται. Το διάλυμα αυτό περιέχει περίπου 0,5 M υδροχλωρικού οξέος· ή

β) από χλωριούχο λανθάνιο ή θειικό λανθάνιο ή νιτρικό λανθάνιο: Σε ογκομετρική φιάλη του 1 λίτρου διαλύονται 26,7 g ένυδρου χλωριούχου λανθανίου ($LaCl_3.7H_2O$) ή 31,2 g ένυδρου νιτρικού λανθανίου [$La(NO_3)_3.6H_2O$] ή 26,2 g ένυδρου θειικού λανθανίου [$La_2(SO_4)_3.9H_2O$] σε 150 ml νερού και κατόπιν προστίθενται 85 ml υδροχλωρικού οξέος 6 M (4.1). Το σύνολο αφήνεται σε ηρεμία για να ολοκληρωθεί η διαλυτοποίηση και στη συνέχεια συμπληρώνεται ο όγκος μέχρι το 1 λίτρο με νερό.

Το διάλυμα ομοιογενοποιείται. Το διάλυμα αυτό περιέχει περίπου 0,5 M υδροχλωρικού οξέος.

4.4. Πρότυπα διαλύματα

Για την παρασκευή τους, βλέπε τις σχετικές με το κάθε ιχνοστοιχείο μεθόδους ανάλυσης.

5. ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ ΣΚΕΥΗ ΚΑΙ ΟΡΓΑΝΑ

Φασματόμετρο ατομικής απορρόφησης κατάλληλα εξοπλισμένο με πηγές που εκπέμπουν τις χαρακτηριστικές γραμμές των προς ανάλυση ιχνοστοιχείων.

Ο χημικός θα πρέπει να ακολουθεί τις οδηγίες του κατασκευαστή του οργάνου και να είναι αξοικειωμένος με το χειρισμό του. Το φασματόμετρο πρέπει να επιτρέπει διόρθωση του θορύβου υποστρώματος από τη φλόγα, ώστε η σχετική διάταξη να μπορεί να χρησιμοποιηθεί σε περίπτωση ανάγκης (παραδείγματος χάριν) για τον Zn. Τα χρησιμοποιούμενα αέρια είναι αέρας και ακετυλένιο.

6. ΠΑΡΑΣΚΕΥΗ ΤΟΥ ΔΙΑΛΥΜΑΤΟΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ

6.1. Διαλυτοποίηση των προς ανάλυση ιχνοστοιχείων

Βλέπε μεθόδους 10.1 ή και 10.2 και, κατά περίπτωση, 10.3.

6.2. Παρασκευή του διαλύματος ανάλυσης

Μία κατάλληλη ποσότητα του εκχυλίσματος, που έχει ληφθεί σύμφωνα με τη μέθοδο 10.1 ή 10.2 ή 10.3 αραιώνεται με νερό ή και με υδροχλωρικό οξύ (4.1) ή (4.2), με τρόπο ώστε το τελικό διάλυμα για τις μετρήσεις να έχει συγκέντρωση στο προς ανάλυση στοιχείο περικλειόμενη στην κλίμακα αναφοράς που πρόκειται να χρησιμοποιηθεί (7.2) και, επίσης, συγκέντρωση σε υδροχλωρικό οξύ τουλάχιστον 0,5 M περίπου και όχι μεγαλύτερη από 2,5 M περίπου. Η εργασία αυτή ενδέχεται να απαιτεί μία ή περισσότερες διαδοχικές αραιώσεις.

Για το τελικό διάλυμα, λαμβάνεται κατάλληλη ποσότητα αραιωμένου εκχυλίσματος — έστω (α) ο όγκος της σε ml — και φέρεται σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml. Προστίθεται 10 ml από το διάλυμα άλατος του λανθανίου (4.3). Ο όγκος συμπληρώνεται με διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 M (4.2) και το σύνολο ομοιογενοποιείται. Έστω D ο συντελεστής αραίωσης.

7. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

7.1. Παρασκευή του τυφλού διαλύματος

Παρασκευάζεται τυφλό διάλυμα με εφαρμογή όλης της διαδικασίας από την εκχύλιση, από την οποία παραλείπεται μόνο το δείγμα ανάλυσης του λιπάσματος.

7.2. Παρασκευή των προτύπων διαλυμάτων για την καμπύλη αναφοράς

Από το πρότυπο διάλυμα εργασίας, που έχει παρουσιαστεί σύμφωνα με την μέθοδο που περιγράφεται για κάθε ιχνοστοιχείο, παρουσιάζεται σε ογκομετρικές φιάλες των 100 ml σειρά 5 τουλάχιστον διαλυμάτων αναφοράς με αυξανόμενες συγκεντρώσεις, ώστε να αντιστοιχούν στη βέλτιστη περιοχή μετρήσεων του οργάνου. Ρυθμίζεται, αν χρειάζεται, η συγκέντρωση των διαλυμάτων σε υδροχλωρικό οξύ, ώστε να είναι όσο το δυνατόν πλησιέστερη προς την αντίστοιχη του αραιωμένου διαλύματος ανάλυσης (6.2). Για τον προσδιορισμό του σιδήρου ή του ψευδαργύρου, προστίθενται 10 ml από το ίδιο διάλυμα άλατος του λανθανίου (4.3) που έχει χρησιμοποιηθεί στο σημείο (6.2). Ο όγκος συμπληρώνεται με διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 M (4.2) και το σύνολο ομοιογενοποιείται.

7.3. Μετρήσεις

Το φασματόμετρο (5) ετοιμάζεται για τις μετρήσεις και ρυθμίζεται το μήκος κύματος στην τιμή που καθορίζεται στη σχετική με το κάθε ιχνοστοιχείο μέθοδο.
Ψεκάζονται διαδοχικά τα διαλύματα αναφοράς (7.2), το διάλυμα ανάλυσης (6.2) και το τυφλό διάλυμα (7.1), το καθένα τρεις φορές και με καταγραφή κάθε ένδειξης ενώ, μετά από κάθε ψεκασμό, το όργανο εκπλύνεται πολύ καλά με απεσταγμένο νερό.

Σχεδιάζεται καμπύλη αναφοράς με τεταγμένη τη μέση τιμή των ενδείξεων που παρέχει το φασματόμετρο για κάθε διάλυμα αναφοράς (7.2) και τετμημένη την αντίστοχη συγκέντρωση του προς ανάλυση στοιχείου εκφρασμένη σε μg ανά ml.

Με βάση την καμπύλη αυτή προσδιορίζονται οι συγκεντρώσεις του διαλύματος ανάλυσης (6.2) και του τυφλού διαλύματος (7.1) στο προς ανάλυση στοιχείο, οι οποίες σημειώνονται με X_s (6.2) και X_b αντίστοιχα και εκφράζονται σε μg ανά ml.

8. ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Η εκατοστιαία αναλογία του ιχνοστοιχείου (E) στο λίπασμα είναι ίση με:

$$E\ (\%) = [(X_s - X_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Αν έχει χρησιμοποιηθεί η μέθοδος 10.3:

$$E\ (\%) = [(X_s - X_b) \times V \times 2\ D] / (M \times 10^4)$$

όπου:

E είναι η ποσότητα του προς ανάλυση ιχνοστοιχείου εκφρασμένη σε εκατοστιαία αναλογία του ιχνοστοιχείου στο λίπασμα

X_s είναι η συγκέντρωση του διαλύματος ανάλυσης (6.2), σε μg/ml

X_b είναι η συγκέντρωση του τυφλού διαλύματος (7.1) σε μg/ml

V είναι ο όγκος του εκχυλίσματος που έχει ληφθεί με τη μέθοδο 10.1 ή 10.2, σε ml

D είναι ο συντελεστής της αραίωσης που έχει πραγματοποιηθεί στο σημείο (6.2)

M είναι η μάζα του δείγματος ανάλυσης βάσει της μεθόδου 10.1 ή 10.2, σε γραμμάρια

Υπολογισμός του συντελεστή αραίωσης D:

Αν (a_1), (a_2), (a_3), ..., (a_i) και (a) είναι οι κατάλληλες ποσότητες και (v_1), (v_2), (v_3), ..., (v_i) και (100) οι όγκοι, σε ml, των αντίστοιχων αραιώσεών τους, ο συντελεστής αραίωσης D είναι ίσος με:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times \ldots \times (v_i/a_i) \times (100/a)$$

Μέθοδος 10.5

ΠΟΣΟΤΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΤΟΥ ΒΟΡΙΟΥ ΣΤΑ ΕΚΧΥΛΙΣΜΑΤΑ ΛΙΠΑΣΜΑΤΩΝ ΜΕ ΟΞΥΜΕΤΡΙΑ

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ

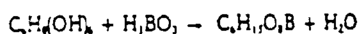
Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος προσδιορισμού του βορίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα εκχυλίσματα που λαμβάνονται με τις μεθόδους 10.1 και 10.2 από λιπάσματα, για τα οποία η οδηγία 89/530/ΕΟΚ απαιτεί να δηλώνεται η περιεκτικότητα σε ολικό βόριο ή/και υδατοδιαλυτό βόριο.

3. ΑΡΧΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Το βορικό ιόν σχηματίζει με τη μαννιτόλη μαννιτοβορικό σύμπλοκο σύμφωνα με την αντίδραση:



$$C_6H_8(OH)_6 + H_3BO_3 \rightarrow C_6H_{15}O_8B + H_2O$$

Το σύμπλοκο αυτό ογκομετρείται με διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου σε pH 6,3.

4. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

4.1. Διάλυμα δείκτη ερυθρού του μεθυλίου

Σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml διαλύονται 0,1 g ερυθρού του μεθυλίου ($C_{15}H_{15}N_3O_2$) σε 50 ml αιθανόλης 95 %. Το διάλυμα συμπληρώνεται μέχρι τα 100 ml με νερό και ομοιογενοποιείται.

4.2. Διάλυμα αραιού υδροχλωρικού οξέος περίπου 0,5 M .

1 όγκος υδροχλωρικού οξέος (HCl, ρ: 1,18 g/ml) αναμειγνύεται με 20 όγκους νερού.

4.3. Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου περίπου 0,5 M

Πρέπει να είναι απαλλαγμένο από διοξείδιο του άνθρακα. Σε ογκομετρική φιάλη του 1 λίτρου, που ήδη περιέχει περίπου 800 ml βρασμένου νερού, διαλύονται 20 g υδροξειδίου του νατρίου (NaOH) σε παστίλιες. Μετά την ψύξη του διαλύματος, συμπληρώνεται ο όγκος του μέχρι τα 1000 ml με βρασμένο νερό και ακολουθεί ομοιογενοποίηση.

4.4. Τιτλοδοτημένο διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου περίπου 0,025 M

Πρέπει να είναι απαλλαγμένο από διοξείδιο του άνθρακα. Το διάλυμα του υδροξειδίου του νατρίου 0,5 M (4.3) αραιώνεται σε αναλογία 1:20 με βρασμένο νερό και αναμειγνύεται επιμελώς. Προσδιορίζεται ο τίτλος τους, που εκφράζεται σε βόριο (B) (βλέπε παράγραφο 9).

4.5. Πρότυπο διάλυμα βορίου (B) συγκεντρώσεως 100 μg/ml

Σε ογκομετρική φιάλη των 1 000 ml διαλύονται σε νερό 0,5719 g βορικού οξέος (H_3BO_3) ζυγισμένου με ακρίβεια 0,1 mg. Συμπληρώνεται ο όγκος με νερό και το διάλυμα ομοιογενοποιείται. Μεταγγίζεται σε πλαστική φιάλη για διατήρηση στο ψυγείο.

4.6. D-Μαννιτόλη ($C_6H_{14}O_6$) σε σκόνη

4.7. Χλωριούχο νάτριο (NaCl)

5. ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ ΣΚΕΥΗ ΚΑΙ ΟΡΓΑΝΑ

5.1. Πεχάμετρο με ηλεκτρόδιο υάλου

5.2. Μαγνητικός αναδευτήρας

5.3. Ποτήρι ζέσεως των 400 ml με ράβδο από τεφλόν

6. ΠΑΡΑΣΚΕΥΗ ΤΟΥ ΔΙΑΛΥΜΑΤΟΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ

6.1. Διαλυτοποίηση του βορίου

Βλέπε μεθόδους 10.1 και 10.2 και, κατά περίπτωση, μέθοδο 10.3

7. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

7.1. Ανάλυση

Σε ποτήρι ζέσεως των 400 ml (5.3), φέρεται κατάλληλη ποσότητα (a) από το διάλυμα της εκχύλισης (6.1), ώστε να περιέχει 2 έως 4 mg de boro B. Προστίθενται 150 ml νερού.

Προστίθενται μερικές σταγόνες διαλύματος δείκτη ερυθρού του μεθυλίου (4.1).

Αν πρόκειται για εκχύλιση με τη μέθοδο 10.2, το διάλυμα οξινίζεται με την προσθήκη υδροχλωρικού οξέος 0,5 M (4.2) μέχρι να αλλάξει χρώμα ο δείκτης και κατόπιν προστίθενται ακόμη 0,5 ml διαλύματος υδροχλωρικού οξέος 0,5 M (4.2).

Μετά την προσθήκη 3 g χλωριούχου νατρίου (4.7), το διάλυμα θερμαίνεται μέχρι βρασμού για να εκδιωχθεί το CO_2. Αφήνεται να ψυχθεί. Το ποτήρι ζέσεως τοποθετείται στο μαγνητικό αναδευτήρα (5.2) και βυθίζονται σ' αυτό τα ηλεκτρόδια του πεχαμέτρου (5.1), το οποίο έχει προηγουμένως βαθμονομηθεί. Το pH του διαλύματος ρυθμίζεται στην τιμή 6,3 ακριβώς, αρχικά με το διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου 0,5 M (4.3) και, στη συνέχεια, με το διάλυμα 0,025 M (4.4).

Προστίθενται 20 g D-μαννιτόλης (4.6) και, αφού η ουσία αυτή διαλυθεί πλήρως, το διάλυμα ομοιογενοποιείται. Ακολουθεί ογκομέτρηση με το διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου 0,025 M (4.4) μέχρι pH 6,3 (σταθερότητα τουλάχιστον για 1 λεπτό). Έστω x_1 ο όγκος που καταναλώνεται.

8. ΤΥΦΛΟΣ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ

Εκτελείται τυφλός προσδιορισμός με εφαρμογή όλης της διαδικασίας από τη διαλυτοποίηση, από την οποία παραλείπεται μόνον το λίπασμα. Έστω x_0 ο όγκος που καταναλώνεται.

9. ΤΙΤΛΟΣ ΣΕ ΒΟΡΙΟ (B) ΤΟΥ ΔΙΑΛΥΜΑΤΟΣ ΥΔΡΟΞΕΙΔΙΟΥ ΤΟΥ ΝΑΤΡΙΟΥ (4.4)

Με τη βοήθεια σιφωνίου λαμβάνονται 20 ml (2,0 mg B) από το πρότυπο διάλυμα (4.5) και φέρονται σε ποτήρι ζέσεως των 400 ml. Προστίθενται μερικές σταγόνες δείκτη ερυθρού του μεθυλίου (4.1). Προστίθενται 3 g χλωριούχου νατρίου (4.7) και διάλυμα υδροχλωρικού οξέος (4.2), μέχρι να αλλάξει χρώμα ο δείκτης (4.1).

Ο όγκος του διαλύματος συμπληρώνεται μέχρι τα 150 ml περίπου και το σύνολο θερμαίνεται ήπια μέχρι βρασμού για να απομακρυνθεί το διοξείδιο του άνθρακα. Το διάλυμα αφήνεται να ψυχθεί. Το ποτήρι ζέσεως τοποθετείται στο μαγνητικό αναδευτήρα (5.2) και βυθίζονται σ' αυτό τα ηλεκτρόδια του πεχαμέτρου (5.1), το οποίο έχει προηγουμένως βαθμονομηθεί. Το pH του διαλύματος ρυθμίζεται στην τιμή 6,3 ακριβώς, αρχικά με το διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου 0,5 M (4.3) και, στη συνέχεια, με το διάλυμα 0,025 M (4.4).

Προστίθενται 20 g D-μαννιτόλης (4.6) και, αφού η ουσία αυτή διαλυθεί πλήρως, το διάλυμα ογκομετρείται με το διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου 0,025 M (4.4) μέχρι pH 6,3 (σταθερότητα τουλάχιστον για 1 λεπτό). Έστω V_1 ο όγκος που καταναλώνεται.

Εκτελείται τυφλός προσδιορισμός με τον ίδιο τρόπο και με 20 ml νερού αντί του προτύπου διαλύματος. Έστω V_0 ο όγκος που καταναλώνεται.

Τα ισοδύναμα (F) βορίου, σε mg/ml, του τιτλοδοτημένου διαλύματος NaOH είναι:

$$F \text{ (σε mg/ml)} = 2/(V_1 - V_0)$$

1 ml διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου 0,025 M ακριβώς αντιστοιχεί σε 0,27025 mg βορίου (B).

10. ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Η εκατοστιαία αναλογία του βορίου (B) στο λίπασμα είναι:

$$B(\%) = \frac{(X_1 - X_0) \times F \times V}{10 \times a \times M}$$

όπου:

- B είναι η εκατοστιαία αναλογία του βορίου (B) στο λίπασμα
- X_1 είναι ο απαραίτητος όγκος, σε ml, του διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου 0,025 M (4.4), που καταναλώνεται για την ανάλυση (7.1)
- X_0 είναι ο όγκος, σε ml, του διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου 0,025 M (4.4) που καταναλώνεται στον τυφλό προσδιορισμό (8),
- F είναι τα ισοδύναμα του βορίου (B), σε mg/ml, του διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου 0,025 M (4.4)
- V είναι ο όγκος, σε ml, του διαλύματος της εκχύλισης που λαμβάνεται με τη μέθοδο 10.1 ή 10.2
- a είναι ο όγκος, σε ml, της κατάλληλης ποσότητας (7.1) του εκχυλίσματος (6.1)
- M είναι η μάζα, σε γραμμάρια, του δείγματος ανάλυσης που ελήφθη σύμφωνα με τη μέθοδο 10.0 ή 10.2.

Μέθοδος 10.6

ΠΟΣΟΤΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΤΟΥ ΚΟΒΑΛΤΙΟΥ ΣΤΑ ΕΚΧΥΛΙΣΜΑΤΑ ΛΙΠΑΣΜΑΤΩΝ ΜΕ ΤΗ ΣΤΑΘΜΙΚΗ ΜΕΘΟΔΟ ΤΗΣ 1-ΝΙΤΡΩΔΟ-ΝΑΦΘΟΛΗΣ-2

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ

Στο παρόν έγγραφο περιγράφεται μέθοδος ποσοτικής ανάλυσης του κοβαλτίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Ο περιγραφόμενος τρόπος εργασίας εφαρμόζεται στα εκχυλίσματα που λαμβάνονται με τη μέθοδο 10.1 ή 10.2 από τα λιπάσματα ΕΟΚ για τα οποία η οδηγία 89/530/ΕΟΚ απαιτεί να δηλώνεται η περιεκτικότητα σε κοβάλτιο.

3. ΑΡΧΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Το κοβάλτιο (ΙΙΙ) ενώνεται με την 1-νιτρωδο-ναφθόλη-2, παρέχοντας το κόκκινο ίζημα Co $(C_{10}H_6ONO)_3 2H_2O$. Μετά τη μετατροπή του κοβαλτίου που περιέχεται στο εκχύλισμα σε κοβάλτιο (ΙΙΙ), το στοιχείο αυτό καταβυθίζεται σε οξικό περιβάλλον με διάλυμα 1-νιτρωδο-ναφθόλης-2. Ακολουθεί διήθηση. Το ίζημα εκπλύνεται, ξηραίνεται μέχρι σταθερού βάρους και ζυγίζεται ως Co $(C_{10}H_6ONO)_3 2H_2O$.

4. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

4.1. Διάλυμα υπεροξειδίου του υδρογόνου (H_2O_2, d = 1,11 g/ml) συγκεντρώσεως 30 % κατά μάζα..

4.2. Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου περίπου 2 M

Διαλύονται 8 g υδροξειδίου του νατρίου σε παστίλιες σε 100 ml νερού.

4.3. Διάλυμα αραιού υδροχλωρικού οξέος περίπου 6 M

1 όγκος υδροχλωρικού οξέος (d: 1,18 g/ml) αναμειγνύεται με 1 όγκο νερού.

4.4. Οξικό οξύ (99,7 % σε CH_3CO_2H, d = 1,05 g/ml).

4.5. Διάλυμα οξικού οξέος (1:2) περίπου 6 M

1 όγκος οξικού οξέος (4.4) αναμειγνύεται με 2 όγκους νερού.

4.6. Διάλυμα 1-νιτρωδο-ναφθόλης-2 σε οξικό οξύ

Διαλύονται 4 g 1-νιτρωδο-ναφθόλης-2 σε 100 ml οξικού οξέος (4.4). Προστίθενται 100 ml χλιαρού νερού και, μετά από ομοιογενοποίηση, ακολουθεί αμέσως διήθηση. Το παρακύπτον διάλυμα πρέπει να χρησιμοποιηθεί αμέσως.

5. ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ ΣΚΕΥΗ ΚΑΙ ΟΡΓΑΝΑ

5.1. Ηθμός τύπου P16/ISO 4793, πορώδους 4, και χωρητικότητας 30 ή 50 ml.

5.2. Πυριατήριο ρυθμισμένο στους 130 ± 2 °C.

6. ΠΑΡΑΣΚΕΥΗ ΤΟΥ ΔΙΑΛΥΜΑΤΟΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ

6.1. Βλέπε μέθοδο 10.1 ή 10.2.

6.2. Παρασκευή του διαλύματος ανάλυσης

Σε ποτήρι ζέσεως των 400 ml φέρεται κατάλληλη ποσότητα του εκχυλίσματος, ώστε να μην περιέχει περισσότερο από 20 ml Co. Εάν το εκχύλισμα έχει ληφθεί με τη μέθοδο 10.2, οξινίζεται με 5 σταγόνες υδροχλωρικού οξέος (4.3). Προστίθενται περίπου 10 ml διαλύματος υπεροξειδίου του υδρογόνου (4.1). Το οξειδωτικό μέσο αφήνεται να δράσει εν ψυχρώ 15 λεπτά και ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 100 ml περίπου με νερό. Το ποτήρι ζέσεως καλύπτεται με γυαλί ρολογιού. Το μείγμα θερμαίνεται μέχρι βρασμού, ο οποίος διατηρείται για 10 λεπτά περίπου. Το μείγμα ψύχεται και επαναφέρεται σε αλκαλικό pH με την προσθήκη σταγόνων διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου (4.2), μέχρι να αρχίσει να καταβυθίζεται το μαύρο ίζημα υδροξειδίου του κοβαλτίου.

7. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

Προστίθενται 10 ml οξικού οξέος (4.4) και ο όγκος του διαλύματος συμπληρώνεται μέχρι τα 200 ml περίπου με νερό. Το διάλυμα θερμαίνεται μέχρι να αρχίσει ο βρασμός. Προστίθενται με προχοΐδα στάγδην 20 ml διαλύματος 1-νιτρωδο-ναφθόλης-2 (4.6) με συνεχή ανάδευση. Η εργασία ολοκληρώνεται με ζωηρή ανάδευση για να σχηματισθεί πλήρως το ίζημα.

Ακολουθεί διήθηση με προζυγισμένο ηθμό (5.1), με προσοχή ώστε να μην αποφραχθεί ο ηθμός. Για το σκοπό αυτό, το ίζημα πρέπει να καλύπτεται με υγρό σε όλη τη διάρκεια της διήθησης.

Το ποτήρι εκπλύνεται με αραιό οξικό οξύ (4.5) για να συμπαρασυρθούν τα υπολείμματα του ιζήματος και ακολουθεί έκπλυση του ιζήματος επάνω στον ηθμό, μία φορά με αραιό οξικό οξύ (4.5) και τρεις φορές με θερμό νερό.

Το ίζημα ξηραίνεται σε πυριατήριο (5.2) στους 130 ° ± 2 °C μέχρι σταθερού βάρους.

8. ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

1 mg ιζήματος Co $(C_9H_6ONO)_3.2H_2O$ αντιστοιχεί σε 0,096381 mg Co.

Η εκατοστιαία αναλογία του κοβαλτίου (Co) στο λίπασμα είναι ίση με:

$$Co\ (\%) = X \times 0{,}0096381 \times \frac{V \times D}{a \times M}.$$

όπου:

X είναι η μάζα, σε mg, του ιζήματος

V είναι ο όγκος, σε ml, του διαλύματος της εκχύλισης που έχει ληφθεί με τη μέθοδο 10.1 ή 10.2

a είναι ο όγκος, σε ml, της κατάλληλης ποσότητας από την τελευταία αραίωση

D είναι ο συντελεστής αραίωσης αυτής της κατάλληλης ποσότητας

M είναι η μάζα, σε g, του δείγματος ανάλυσης

Μέθοδος 10.7

ΠΟΣΟΤΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΤΟΥ ΧΑΛΚΟΥ ΣΤΑ ΕΚΧΥΛΙΣΜΑΤΑ ΛΙΠΑΣΜΑΤΩΝ ΜΕ ΟΓΚΟΜΕΤΡΙΚΗ ΜΕΘΟΔΟ

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ

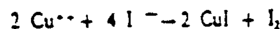
Στο παρόν έγγραφο περιγράφεται μέθοδος ποσοτικής ανάλυσης του χαλκού στα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Ο περιγραφόμενος τρόπος εργασίας εφαρμόζεται στα εκχυλίσματα που λαμβάνονται με τη μέθοδο 10.1 ή 10.2 από τα λιπάσματα ΕΟΚ, για τα οποία η οδηγία 89/530/ΕΟΚ απαιτεί να δηλώνεται η περιεκτικότητα σε χαλκό.

3. ΑΡΧΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Τα ιόντα δισθενούς χαλκού ανάγονται σε όξινο περιβάλλον από το ιωδιούχο κάλιο:



$$2\ Cu^{++} + 4\ I^{-} \rightarrow 2\ CuI + I_2$$

Το εκλυόμενο ιώδιο ογκομετρείται με πρότυπο διάλυμα θειοθειικού νατρίου γνωστού τίτλου, παρουσία αμύλου ως δείκτη, σύμφωνα με την αντίδραση:



$$I_2 + 2\ Na_2S_2O_3 \rightarrow 2\ NaI + Na_2S_4O_6$$

4. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

4.1. Νιτρικό οξύ (HNO_3, d = 1,40 g/ml)

4.2. Ουρία $[(NH_2)_2\ C=O]$

4.3. Υδατικό διάλυμα υδροφθοριούχου αμμωνίου (NH_4HF_2) συγκεντρώσεως 10 % κ. β.

Το διάλυμα αυτό φυλάσσεται σε πλαστική φιάλη.

4.4. Διάλυμα υδροξειδίου του αμμωνίου (1 + 1)

1 όγκος υγρής αμμωνίας (NH_4 OH, d : 0,9 g/ml) αναμειγνύεται με ένα όγκο νερού.

4.5. Πρότυπο διάλυμα θεοθειικού νατρίου

Σε ογκομετρική φιάλη του 1 λίτρου διαλύονται 7,812 g ένυδρου θειοθειικού νατρίου ($Na_2S_2O_3$. H_2O) σε νερό. 1 ml του διαλύματος αυτού πρέπει να αντιστοιχεί σε 2 mg Cu. Προστίθενται μερικές σταγόνες χλωροφορμίου για σταθεροποίηση. Το διάλυμα πρέπει να φυλάσσεται σε γυάλινο δοχείο προφυλαγμένο από το φως.

4.6. Ιωδιούχο κάλιο (KJ)

4.7. Διάλυμα θειοκυανικού καλίου (KSCN) συγκεντρώσεως 25 % κ. β.

Το διάλυμα αυτό φυλάσσεται σε πλαστική φιάλη.

4.8. Υδατικό διάλυμα αμύλου συγκεντρώσεως 0,5 % περίπου

Σε ποτήρι ζέσεως των 600 ml φέρονται 2,5 g αμύλου $[(C_6H_{10}O_5)_n]$. Προστίθενται περίπου 500 ml νερού και το σύνολο ζέεται με συνεχή ανάδευση. Ψύχεται σε θερμοκρασία περιβάλλοντος. Το διάλυμα αυτό δεν διατηρείται πολύ χρόνο.

5. ΠΑΡΑΣΚΕΥΗ ΤΟΥ ΔΙΑΛΥΜΑΤΟΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ

Βλέπε μεθόδους 10.1 και 10.2

6. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

6.1. Παρασκευή του διαλύματος για την ογκομέτρηση

Σε κωνική φιάλη Erlenmeyer των 500 ml φέρεται κατάλληλη ποσότητα από το διάλυμα της εκχύλισης, ώστε να περιέχει τουλάχιστον 20 έως 40 mg Cu. Η ενδεχόμενη περίσσεια οξυγόνου εκδιώκεται με σύντομο βρασμό. Ο όγκος του διαλύματος συμπληρώνεται μέχρι τα 100 ml περίπου με νερό, προστίθενται 5 ml νιτρικού οξέος (4.1) και το σύνολο θερμαίνεται μέχρι βρασμού, ο οποίος διατηρείται για μισό λεπτό περίπου.

Η φιάλη Erlenmeyer αποσύρεται από τη θερμαντική συσκευή, προστίθενται περίπου 3 g ουρίας (4.2) και ακολουθεί νέα θέρμανση μέχρι βρασμού, ο οποίος διατηρείται για μισό λεπτό περίπου.

Διακόπτεται η θέρμανση και προστίθενται 200 ml ψυχρού νερού. Αν χρειάζεται, το περιεχόμενο της φιάλης Erlenmeyer ψύχεται μέχρι τη θερμοκρασία του περιβάλλοντος.

Προστίθεται αργά διάλυμα αμμωνίας (4.4) μέχρι να εμφανιστεί μόνιμο θόλωμα.

Προστίθενται 50 ml διαλύματος υδροφθοριούχου αμμωνίου (4.3) και το σύνολο αναμειγνύεται.

Προστίθενται 10 g ιωδιούχου καλίου (4.6) και διαλυτοποιούνται.

6.2. Ογκομέτρηση του διαλύματος

Η φιάλη Erlenmeyer τοποθετείται σε μαγνητικό αναδευτήρα. Εισάγεται στη φιάλη η ράβδος του αναδευτήρα και η συσκευή ρυθμίζεται στην επιθυμητή ταχύτητα.

Με τη βοήθεια προχοΐδας προστίθεται πρότυπο διάλυμα θειοθειικού νατρίου (4.5), μέχρι να ελαττωθεί η ένταση του καφέ χρώματος του διαλύματος που οφείλεται στο εκλυόμενο ιώδιο.

Προστίθενται 10 ml διαλύματος αμύλου (4.8).

Συνεχίζεται η ογκομέτρηση με το διάλυμα θειοθειικού νατρίου (4.5), μέχρι να εξαφανιστεί σχεδόν το πορφυρό χρώμα.

Προστίθενται 20 ml διαλύματος θειοκυανικού καλίου (4.7) και η ογκομέτρηση ολοκληρώνεται με την πλήρη εξαφάνιση του κυανοϊώδους χρώματος.

Σημειώνεται ο όγκος του διαλύματος θειοθειικού νατρίου που έχει καταναλωθεί.

7. ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

1 ml προτύπου διαλύματος θειοθειικού νατρίου (7,812 mg) αντιστοιχεί σε 2 mg Cu.

Η εκατοστιαία αναλογία του χαλκού στο λίπασμα είναι ίση με:

$$Cu\ (\%) = X \quad \frac{V}{a \times M \times 5}.$$

όπου:

X είναι ο όγκος, σε ml, , του διαλύματος θειοθειικού νατρίου που καταναλώνεται

V είναι ο όγκος, σε ml, του διαλύματος της εκχύλισης που λαμβάνεται με τις μεθόδους 10.1 και 10.2

a είναι ο όγκος, σε ml, της κατάλληλης ποσότητας

M είναι η μάζα, σε g, του δείγματος ανάλυσης που έχει υποβληθεί σε κατεργασία με τις μεθόδους 10.1 και 10.2

Μέθοδος 10.8

ΠΟΣΟΤΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΤΟΥ ΣΙΔΗΡΟΥ ΣΤΑ ΕΚΧΥΛΙΣΜΑΤΑ ΛΙΠΑΣΜΑΤΩΝ ΜΕ ΦΑΣΜΑΤΟΜΕΤΡΙΑ ΑΤΟΜΙΚΗΣ ΑΠΟΡΡΟΦΗΣΗΣ

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ

Στο παρόν έγγραφο περιγράφεται μέθοδος ποσοτικής ανάλυσης του σιδήρου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα εκχυλίσματα που λαμβάνονται με τις μεθόδους 10.1 και 10.2 από τα λιπάσματα ΕΟΚ, για τα οποία η οδηγία 89/530/ΕΟΚ απαιτεί να δηλώνεται η περιεκτικότητα σε σίδηρο.

3. ΑΡΧΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Μετά την κατάλληλη κατεργασία και αραίωση των εκχυλισμάτων, προσδιορίζεται ποσοτικά ο σίδηρος με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης.

4. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

4.1. Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος περίπου 6 M

Βλέπε μέθοδο 10.4 σημείο 4.1.

4.2. Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος περίπου 0,5 M

Βλέπε μέθοδο 10.4 σημείο 4.2

4.3. Διάλυμα υπεροξειδίου του υδρογόνου (H_2O_2 30 %, d = 1,11 g/ml), απαλλαγμένο από ιχνοστοιχεία.

4.4. Διάλυμα άλατος του λανθανίου συγκεντρώσεως 10 g (La) ανά λίτρο

Βλέπε μέθοδο 10.4 σημείο 4.3

4.5. Πρότυπα διαλύματα σιδήρου

4.5.1. Μητρικό διάλυμα σιδήρου συγκεντρώσεως (1 000 μg/ml)

Σε ποτήρι ζέσεως των 500 ml, διαλύονται 1 g σύρματος καθαρού σιδήρου, ζυγισμένου με ακρίβεια 0,1 mg, σε 200 ml περίπου υδροχλωρικού οξέος 6 M (4.1). Προστίθενται 15 ml διαλύματος υπεροξειδίου του υδρογόνου (4.3). Το διάλυμα θερμαίνεται σε ηλεκτρική εστία, μέχρι να διαλυθεί τελείως ο σίδηρος, ψύχεται και μεταγγίζεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 1 000 ml. Συμπληρώνεται ο όγκος με νερό και ακολουθεί ομοιογενοποίηση.

4.5.2. Διάλυμα εργασίας σιδήρου συγκεντρώσεως 100 μg/ml

Σε ογκομετρική φιάλη των 200 ml φέρονται 20 ml του μητρικού διαλύματος (4.5.1). Συμπληρώνεται ο όγκος με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 M (4.2) και ακολουθεί ομοιογενοποίηση.

5. ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ ΣΚΕΥΗ ΚΑΙ ΟΡΓΑΝΑ

Φασματόμετρο ατομικής απορρόφησης: Βλέπε μέθοδο 10.4 σημείο 5. Το όργανο πρέπει να είναι εφοδιασμένο με πηγή εκπομπής των χαρακτηριστικών φασματικών γραμμών του σιδήρου (248,3 nm).

6. ΠΑΡΑΣΚΕΥΗ ΤΟΥ ΔΙΑΛΥΜΑΤΟΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ

6.1. Διαλυτοποίηση του σιδήρου

Βλέπε μεθόδους 10.1 ή/και 10.2 και, κατά περίπτωση, 10.3.

6.2. Παρασκευή του διαλύματος ανάλυσης

Βλέπε μέθοδο 10.4 σημείο 6.2. Το διάλυμα ανάλυσης πρέπει να περιέχει 10 % (κ.ό.) διαλύματος άλατος του λανθανίου.

7. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

7.1. Παρασκευή του τυφλού διαλύματος

Βλέπε μέθοδο 10.4 σημείο 7.1. Το τυφλό διάλυμα πρέπει να περιέχει 10 % (κ.ό.) του διαλύματος άλατος του λανθανίου που έχει χρησιμοποιηθεί στο σημείο 6.2.

7.2. Παρασκευή των διαλυμάτων αναφοράς

Βλέπε μέθοδο 10.4 σημείο 7.2

Για βέλτιστο εύρος συγκεντρώσεων για την ποσοτική ανάλυση από 0 έως 10 μg/ml σιδήρου, φέρονται σε ογκομετρικές φιάλες των 100 ml, αντίστοιχα, 0, 2, 4, 6, 8 και 10 ml από το διάλυμα εργασίας (4.5.2). Ρυθμίζεται, αν χρειάζεται, η συγκέντρωση των διαλυμάτων σε υδροχλωρικό οξύ, ώστε να είναι δυνατόν πλησιέστερη προς την αντίστοιχη συγκέντρωση του διαλύματος ανάλυσης. Προστίθενται σε κάθε φιάλη 10 ml του διαλύματος άλατος του λανθανίου που έχει χρησιμοποιηθεί στο σημείο 6.2. Ο όγκος συμπληρώνεται με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 M (4.2) και το σύνολο ομοιογενοποιείται. Τα εν λόγω διαλύματα περιέχουν 0, 2, 4, 6, 8 και 10 μg/ml σιδήρου αντίστοιχα.

7.3. Μετρήσεις

Βλέπε μέθοδο 10.4 σημείο 7.3. Το φασματόμετρο 5) ετοιμάζεται για τις μετρήσεις στο μήκος κύματος των 248,3 nm.

8. ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Βλέπε μέθοδο 10.4 σημείο 8.

Η εκατοστιαία αναλογία του σιδήρου στο λίπασμα είναι ίση με:

$$Fe(\%) = (X_s - X_b) \times V \times D \;/\; (M \times 10^4)$$

Αν έχει χρησιμοποιηθεί η μέθοδος 10.3:

$$Fe(\%) = (X_s - X_b) \times V \times 2D \;/\; M \times 10^4$$

όπου:

Fe είναι η ποσότητα του σιδήρου, εκφρασμένη σε εκατοστιαία αναλογία του στοιχείου στο λίπασμα

X_s είναι η συγκέντρωση του διαλύματος ανάλυσης (6.2), σε μg/ml

X_b είναι η συγκέντρωση του τυφλού διαλύματος (7.1), σε μg-ml

V είναι ο όγκος του εκχυλίσματος που έχει ληφθεί με τη μέθοδο 10.1 ή 10.2, σε ml

D είναι ο συντελεστής της αραίωσης που έχει πραγματοποιηθεί στο σημείο (6.2)

M είναι η μάζα του δείγματος ανάλυσης βάσει της μεθόδου 10,1 ή 10.2, σε γραμμάρια

Υπολογισμός του συντελεστή αραίωσης D: Αν (a_1), (a_2), (a_3), ..., (και (a) είναι οι κατάλληλες ποσότητες και (v_1) (v_2) (v_3), ..., (v_i) και (100) οι όγκοι, σε ml, των αντίστοιχων αραιώσεών τους, ο συντελεστής αραίωσης D είναι ίσος με:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times \ldots \times (v_i/a_i) \times (100/a)$$

Μέθοδος 10.9

ΠΟΣΟΤΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΤΟΥ ΜΑΓΓΑΝΙΟΥ ΣΤΑ ΕΚΧΥΛΙΣΜΑΤΑ ΛΙΠΑΣΜΑΤΩΝ ΜΕ ΑΝΤΙΔΡΑΣΗ ΜΑΓΓΑΝΙΟΜΕΤΡΙΑΣ

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ

Στο παρόν έγγραφο περιγράφεται μέθοδος ποσοτικής ανάλυσης του μαγγανίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Ο περιγραφόμενος τρόπος εργασίας εφαρμόζεται στα εκχυλίσματα που λαμβάνονται με τις μεθόδους 10.1 και 10.2 από τα λιπάσματα ΕΟΚ, για τα οποία η οδηγία 89/530/ΕΟΚ απαιτεί να δηλώνεται η περιεκτικότητα σε μαγγάνιο.

3. ΑΡΧΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Αν το εκχύλισμα περιέχει ιόντα χλωρίου, αυτά εκδιώκονται με βρασμό του εκχυλίσματος, στο οποίο έχει προηγουμένως προστεθεί θειικό οξύ. Το μαγγάνιο οξειδώνεται με βισμουθικό νάτριο σε περιβάλλον νιτρικού οξέος. Τα σχηματιζόμενα υπερμαγγανικά ιόντα ανάγονται με περίσσεια θειικού υποσιδήρου. Η περίσσεια αυτή ογκομετρείται με διάλυμα υπερμαγγανικού καλίου.

4. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

4.1. Πυκνό θειικό οξύ (H_2SO_4, d : 1,84 g/ml)

4.2. Θειικό οξύ περίπου 9 M

1 όγκος πυκνού θειικού οξέος (4.1) αναμειγνύεται με προσοχή με 1 όγκο νερού.

4.3. Νιτρικό οξύ 6 M

3 όγκοι νιτρικού οξέος (HNO_3, d = 1,40 g/ml) αναμειγνύονται με 4 όγκους νερού.

4.4. Νιτρικό οξύ 0,3 M

1 όγκος νιτρικού οξέος 6 M αναμειγνύεται με 19 όγκους νερού.

4.5. Βισμουθικό νάτριο ($NaBiO_3$) καθαρότητας 85 %.

4.6. Kieselguhr

4.7. Ορθοφωσφορικό οξύ (H_3PO_4, d = 1,71 g/ml) 15 M.

4.8. Διάλυμα θειικού υποσιδήρου 0,15 M

Σε ογκομετρική φιάλη του 1 λίτρου διαλύονται 41,6 g ένυδρου θειικού υποσιδήρου ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$).

Προστίθενται 25 ml πυκνού θειικού οξέος (4.1) και 25 ml φωσφορικού οξέος (4.7).

Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 1 000 ml και το διάλυμα ομοιογενοποιείται.

4.9. Διάλυμα υπερμαγγανικού καλίου 0,020 M

Ζυγίζονται με ακρίβεια δεκάτου του χιλιοστογράμμου 3,160 g υπερμαγγανικού καλίου ($KMnO_4$), και διαλύονται σε 1 000 ml νερού.

4.10. Διάλυμα νιτρικού αργύρου 0,1 M

1,7 g νιτρικού αργύρου ($AgNO_3$) διαλύονται σε 1 000 ml νερού.

5. ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ ΣΚΕΥΗ ΚΑΙ ΟΡΓΑΝΑ

5.1. Ηθμός τύπου P16/ISO 4793, πορώδους 4 και χωρητικότητας 50 ml, στερεωμένος σε φιάλη διηθήσεως των 500 ml.

5.2. Μαγνητικός αναδευτήρας

6. ΠΑΡΑΣΚΕΥΗ ΤΟΥ ΔΙΑΛΥΜΑΤΟΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ

6.1. Διαλυτοποίηση του μαγγανίου

Βλέπε μεθόδους 10.1 και 10.2.

Αν η παρουσία ιόντων χλωρίου δεν είναι εξακριβωμένη, το διάλυμα υποβάλλεται σε δοκιμή με μία σταγόνα διαλύματος νιτρικού αργύρου (4.10).

6.2. Αν δεν υπάρχουν ιόντα χλωρίου, λαμβάνεται κατάλληλη ποσότητα του εκχυλίσματος, ώστε να περιέχει 10 έως 20 mg μαγγανίου, και τοποθετείται σε ποτήρι ζέσεως των 400 ml. Ο όγκος φέρεται στα 25 ml περίπου με εξάτμιση ή με προσθήκη ύδατος, κατά περίπτωση. Προστίθεται 2 ml πυκνού θειικού οξέος (4.1).

6.3. Αν υπάρχουν ιόντα χλωρίου, πρέπει να απομακρυνθούν ως εξής:

Σε ποτήρι ζέσεως με ψηλά τοιχώματα και κατάλληλη χωρητικότητα φέρεται ποσότητα του εκχυλίσματος, τόση ώστε να περιέχει 10 έως 20 mg μαγγανίου. Προστίθενται 5 ml θειικού οξέος 9 M (4.2). Το σύνολο τοποθετείται σε θερμαντική εστία κάτω από απαγωγό και θερμαίνεται μέχρι βρασμού, ο οποίος διατηρείται μέχρι να εκλυθεί άφθονος λευκός καπνός. Η θέρμανση συνεχίζεται μέχρι να μειωθεί ο όγκος στα 2 ml, περίπου (λεπτή στιβάδα σιροπιώδους υγρού στον πυθμένα του ποτηριού). Το ποτήρι ζέσεως επαναφέρεται στη θερμοκρασία του περιβάλλοντος.

Προστίθενται με προσοχή 25 ml νερού και εξακριβώνεται και πάλι η απουσία χλωριόντων με μία σταγόνα διαλύματος νιτρικού αργύρου (4.10). Αν υπάρχουν ακόμη χλωριόντα, η εργασία επαναλαμβάνεται, αφού πρώτα προστεθούν 5 ml θειικού οξέος 9 M (4.2).

7. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

Σε κοτήρι ζέσεως των 400 ml που περιέχει το προς ανάλυση διάλυμα προστίθενται 25 ml νιτρικού οξέος 6 M (4.3) και 2,5 g δισμουθικού νατρίου (4.5). Το σύνολο ανδεύεται ζωηρά 3 λεπτά σε μαγνητικό αναδευτήρα (5.2). Προστίθενται 50 ml νιτρικού οξέος 0,3 M (4.4) και ακολουθεί νέα ανάδευση.

Το μείγμα διηθείται υπό κενό με ηθμό (5.1), του οποίου ο πυθμένας έχει προηγουμένως καλυφθεί με Kieselghur (4.6). Ο ηθμός εκπλύνεται πολλές φορές με νιτρικό οξύ 0,3 M (4.4), μέχρι να ληφθεί άχρωμο διήθημα.

Το διήθημα και τα υγρά της έκπλυσης μεταγγίζονται σε κοτήρι ζέσεως των 500 ml και αναμειγνύονται. Προστίθενται 25 ml διαλύματος θειικού υποσιδήρου 0,15 M (4.8). Αν το διήθημα χρωματιστεί κίτρινο μετά την προσθήκη του θειικού υποσιδήρου, προστίθενται 3 ml ορθοφωσφορικού οξέος 15 M (4.7).

Με τη βοήθεια προχοΐδας ογκομετρείται η περίσσεια θειικού υποσιδήρου με διάλυμα υπερμαγγανικού καλίου 0,02 M (4.9), μέχρι να ληφθεί ροζ χρωματισμός σταθερός επί ένα λεπτό.

Εκτελείται τυφλός προσδιορισμός με τις ίδιες συνθήκες, παραλείποντας μόνο το δείγμα ανάλυσης.

Σημείωση: Μετά την οξείδωση το διάλυμα δεν πρέπει να έλθει σε επαφή με καουτσούκ.

8. ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

1 ml διαλύματος υπερμαγγανικού καλίου 0,02 M αντιστοιχεί σε 1,099 mg μαγγανίου (Mn).

$$Mn\ (\%)\ \text{στο λίπασμα} = (X_b - X_s) \times 0{,}1099 \times \frac{V}{a \times M}$$

όπου:

X_b είναι ο όγκος, σε ml, του διαλύματος υπερμαγγανικού καλίου που καταναλώνεται στον τυφλό προσδιορισμό

X_s είναι ο όγκος, σε ml, του διαλύματος υπερμαγγανικού καλίου που καταναλώνεται στην ανάλυση

V είναι ο όγκος, σε ml, του διαλύματος της εκχύλισης που έχει ληφθεί βάσει των μεθόδων 10.1 και 10.2

α είναι ο όγκος, σε ml, της κατάλληλης ποσότητας του εκχυλίσματος

M είναι η μάζα, σε g, του δείγματος ανάλυσης

Μέθοδος 10.10

ΠΟΣΟΤΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΤΟΥ ΜΟΛΥΒΔΑΙΝΙΟΥ ΣΤΑ ΕΚΧΥΛΙΣΜΑΤΑ ΛΙΠΑΣΜΑΤΩΝ ΜΕ ΤΗ ΣΤΑΘΜΙΚΗ ΜΕΘΟΔΟ ΤΗΣ 8-ΥΔΡΟΞΥ-ΚΙΝΟΛΙΝΗΣ

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ

Στο παρόν έγγραφο περιγράφεται μέθοδος ποσοτικής ανάλυσης του μολυβδαινίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Ο περιγραφόμενος τρόπος εργασίας εφαρμόζεται στα εκχυλίσματα που λαμβάνονται με τις μεθόδους 10.1 και 10.2 από τα λιπάσματα ΕΟΚ, για τα οποία η οδηγία 89/30/ΕΟΚ απαιτεί να δηλώνεται η περιεκτικότητα σε μολυβδαίνιο.

3. ΑΡΧΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Το μολυβδαίνιο προσδιορίζεται ποσοτικά με καταβύθιση ως οξινικό μολυβδαινύλιο σε καθορισμένες συνθήκες.

4. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

4.1. Διάλυμα θειικού οξέος περίπου 1 M

Σε ογκομετρική φιάλη του 1 λίτρου, που ήδη περιέχει 800 ml νερού, προστίθενται προσεκτικά 55 ml θειικού οξέος (H_2SO_4, d = 1,84 g/ml). Το διάλυμα αναμειγνύεται. Αφού ψυχθεί, συμπληρώνεται ο όγκος του μέχρι το 1 λίτρο και ομοιογενοποιείται.

4.2. Αραιό διάλυμα αμμωνίας (1:3)

1 όγκος πυκνού διαλύματος αμμωνίας (NH_4OH, d = 0,9 g/ml) αναμειγνύεται με 3 όγκους νερού.

4.3. Διάλυμα αραιού οξικού οξέος (1:3)

1 όγκος πυκνού οξικού οξέος (CH_3COOH 99,7 % d = 1,049 g/ml) αναμειγνύεται με 3 όγκους νερού.

4.4. Διάλυμα δινατρίου άλατος του αιθυλενοδιαμινοτετραοξικού οξέος (EDTA)

Σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml, διαλύονται σε νερό 5 g de Na_2 EDTA. Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή και το διάλυμα ομοιογενοποιείται.

4.5. Ρυθμιστικό διάλυμα οξικών ιόντων

Σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml διαλύονται σε νερό 15 ml πυκνού οξικού οξέος και 30 g οξικού αμμωνίου. Συμπληρώνεται ο όγκος μέχρι τα 100 ml.

4.6. Διάλυμα 8-υδροξυ-κινολίνης (οξίνης)

Σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml διαλύονται 3 g υδροξυκινολίνης σε 5 ml πυκνού οξικού οξέως. Προστίθενται 80 ml νερού. Προστίθεται σταγόνα διάλυμα αμμωνίας (4.2) μέχρι να εμφανιστεί θόλωμα και, κατόπιν, οξικό οξύ (4.3), μέχρι το διάλυμα να διαυγαστεί και πάλι.

Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 100 ml με νερό.

5. ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ ΣΚΕΥΗ ΚΑΙ ΟΡΓΑΝΑ

5.1. Ηθμός τύπου P16/ISO 4793 πορώδους 4 και χωρητικότητας 30 ml.

5.2. Πεχάμετρο με ηλεκτρόδια υάλου

5.3. Πυριατήριο ρυθμισμένο στους 130-135° C

6. ΠΑΡΑΣΚΕΥΗ ΤΟΥ ΔΙΑΛΥΜΑΤΟΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ

Βλέπε μέθοδο 10.1 και μέθοδο 10.2.

7. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

7.1. Παρασκευή του διαλύματος ανάλυσης

Σε ποτήρι ζέσεως των 250 ml φέρεται κατάλληλη ποσότητα, ώστε να περιέχει 25 έως 100 mg Mo. Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 50 ml με νερό.

Ρυθμίζεται το pH του διαλύματος αυτού στην τιμή 5 με σταγόνες διαλύματος θειικού οξέος (4.1).

Προστίθενται 15 ml διαλύματος EDTA (4.4) και, στη συνέχεια, 5 ml ρυθμιστικού διαλύματος (4.5). Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 80 ml περίπου με νερό.

7.2. Καταβύθιση και έκπλυση του ιζήματος

Καταβύθιση του ιζήματος

Το διάλυμα θερμαίνεται ελαφρά και, ενώ ανακινείται συνεχώς, προστίθεται το διάλυμα οξίνης (4.6). Προστίθεται περίσσεια αντιδραστηρίου, μέχρι να χρωματιστεί το υπερκείμενο υγρό ελαφρά κίτρινο. Αρκούν συνήθως γι' αυτό 20 ml αντιδραστηρίου. Συνεχίζεται η ήπια θέρμανση του ιζήματος για 2 έως 3 λεπτά.

Διήθηση και έκπλυση

Το διάλυμα διηθείται με ηθμό (5.1). Το ίζημα εκπλύνεται πολλές φορές με 20 ml θερμού νερού κάθε φορά. Τα υγρά της έκπλυσης πρέπει προοδευτικά να αποχρωματίζονται, δείγμα του ότι έχει απομακρυνθεί η οξίνη.

7.3. Ζύγιση του ιζήματος

Το ίζημα ξηραίνεται στους 130-135° C μέχρι σταθερού βάρους (τουλάχιστον μία ώρα).

Αφήνεται να ψυχθεί σε ξηραντήρια και κατόπιν ζυγίζεται.

8. ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

1 mg οξινικού μολυβδαινίου $MoO_2(C_9H_6ON)_2$ αντιστοιχεί σε 0,2305 mg Mo:

$$\text{Mo (\%) στο λίπασμα} = X \times 0{,}02305 \times \frac{V \times D}{a \times M}$$

όπου:

X είναι η μάζα, σε mg, του ιζήματος οξινικού μολυβδαινίου

V είναι ο όγκος, σε ml, του διαλύματος της εκχύλισης που λαμβάνεται βάσει της μεθόδου 10.1 ή 10.2

a είναι ο όγκος, σε ml, της κατάλληλης ποσότητας από την τελευταία αραίωση

D είναι ο συντελεστής αραίωσης αυτής της κατάλληλης ποσότητας

M είναι η μάζα, σε g, του δείγματος δοκιμής

Μέθοδος 10.11

ΠΟΣΟΤΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΤΟΥ ΨΕΥΔΑΡΓΥΡΟΥ ΣΤΑ ΕΚΧΥΛΙΣΜΑΤΑ ΛΙΠΑΣΜΑΤΩΝ ΜΕ ΦΑΣΜΑΤΟΜΕΤΡΙΑ ΑΤΟΜΙΚΗΣ ΑΠΟΡΡΟΦΗΣΗΣ

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ

Στο παρόν έγγραφο περιγράφεται μέθοδος ποσοτικής ανάλυσης του ψευδαργύρου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα εκχυλίσματα που λαμβάνονται με τις μεθόδους 10.1 και 10.2 και τα λιπάσματα ΕΟΚ, για τα οποία η οδηγία 89/530/ΕΟΚ απαιτεί να δηλώνεται η περιεκτικότητα σε ψευδάργυρο.

3. ΑΡΧΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Μετά από κατάλληλη κατεργασία και αραίωση των εκχυλισμάτων, προσδιορίζεται ποσοτικά ο ψευδάργυρος με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης.

4. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

4.1. Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος περίπου 6 M

Βλέπε μέθοδο 10.4 σημείο 4.1.

4.2. Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος περίπου 0,5 M

Βλέπε μέθοδο 10.4 σημείο 4.2.

4.3. Διάλυμα άλατος άλατος του λανθανίου συγκεντρώσεως (10 g La ανά λίτρο)

Βλέπε μέθοδο 10.4 σημείο 4.3.

4.4. Πρότυπα διαλύματα ψευδαργύρου

4.4.1. Μητρικό διάλυμα ψευδαργύρου συγκεντρώσεως (1 000 μg/ml)

Σε ογκομετρική φιάλη των 1 000 ml διαλύονται 1 g σκόνης ή φυλλιδίων καθαρού ψευδαργύρου, ζυγισμένου με ακρίβεια 0,1 mg σε 25 ml υδροχλωρικού οξέος 6 M (4.1). Όταν διαλυθεί τελείως ο ψευδάργυρος, συμπληρώνεται ο όγκος με νερό και ακολουθεί ομοιογενοποίηση.

4.4.2. Διάλυμα εργασίας ψευδαργύρου συγκεντρώσεως (100 μg/ml)

Σε ογκομετρική φιάλη των 200 ml αραιώνονται 20 ml του μητρικού διαλύματος (4.4.1) με διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 M (4.2). 0,5 M. Συμπληρώνεται ο όγκος με το ίδιο διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 M και ακολουθεί ομοιογενοποίηση.

5. ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ ΣΚΕΥΗ ΚΑΙ ΟΡΓΑΝΑ

Φασματόμετρο ατομικής απορρόφησης: βλέπε μέθοδο 10.4 σημείο 5. Το όργανο πρέπει να είναι εφοδιασμένο με πηγή εκπομπής των χαρακτηριστικών φασματικών γραμμών του ψευδαργύρου (213,8 nm) καθώς και με διάταξη για τη διόρθωση του θορύβου υποστρώματος από τη φλόγα.

6. ΠΑΡΑΣΚΕΥΗ ΤΟΥ ΔΙΑΛΥΜΑΤΟΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ

6.1. Διαλυτοποίηση του ψευδαργύρου

Βλέπε μεθόδους 10.1 ή/και 10.2 και, κατά περίπτωση, 10.3.

6.2. Παρασκευή του διαλύματος ανάλυσης

Βλέπε μέθοδο 10.4 σημείο 6.2. Το διάλυμα ανάλυσης πρέπει να περιέχει 10 % (κ.ό.) διαλύματος άλατος του λανθανίου.

7. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

7.1. Παρασκευή του τυφλού διαλύματος

Βλέπε μέθοδο 10.4 σημείο 7.1. Το τυφλό διάλυμα πρέπει να περιέχει 10 % (κ.ό.) του διαλύματος άλατος του λανθανίου που έχει χρησιμοποιηθεί στο σημείο 6.2.

7.2. Παρασκευή των διαλυμάτων αναφοράς

Βλέπε μέθοδο 10.4 σημείο 7.2

Για βέλτιστο εύρος συγκεντρώσεων για την ποσοτική ανάλυση από 0 έως 5 μg/ml ψευδαργύρου, φέρονται σε ογκομετρικές φιάλες των 100 ml, αντίστοιχα, 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 και 5 ml από το διάλυμα εργασίας (4.4.2). Ρυθμίζεται, αν χρειάζεται, η συγκέντρωση των διαλυμάτων σε υδροχλωρικό οξύ, ώστε να είναι όσο το δυνατόν πλησιέστερη προς την αντίστοιχη συγκέντρωση του διαλύματος ανάλυσης. Προστίθενται σε κάθε φιάλη 10 ml του διαλύματος άλατος του λανθανίου που έχει χρησιμοποιηθεί στο σημείο 6.2. Ο όγκος συμπληρώνεται με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 M (4.2) και το σύνολο ομοιογενοποιείται.

Τα εν λόγω διαλύματα περιέχουν 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 και 5 μg/ml ψευδαργύρου αντίστοιχα.

7.3. Μετρήσεις

Βλέπε μέθοδο 10.4 σημείο 7.3. Το φασματόμετρο (5) ετοιμάζεται για τις μετρήσεις στο μήκος κύματος των 213,8 nm.

8. ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Βλέπε μέθοδο 10.4 σημείο 8.

Η εκατοστιαία αναλογία του ψευδαργύρου στο λίπασμα είναι ίση με:

$$Zn (\%) = [(X_1 - X_0) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Αν έχει χρησιμοποιηθεί η μέθοδος 10. 3.:

$$Zn\ (\%) = [(X_s - X_b) \times V \times 2D] / M \times 10^4)$$

όπου

Zn είναι η ποσότητα του ψευδαργύρου, εκφρασμένη σε εκατοστιαία αναλογία του στοιχείου στο λίπασμα

X_s είναι η συγκέντρωση του διαλύματος ανάλυσης (6. 2), σε μg/ml

X_b είναι η συγκέντρωση του τυφλού διαλύματος (7. 1), σε μg - ml

V είναι ο όγκος του εκχυλίσματος που έχει ληφθεί με τη μέθοδο 10.1 ή 10.2 σε ml

D είναι ο συντελεστής της αραίωσης που έχει πραγματοποιηθεί στο σημείο 6.2

M είναι η μάζα του δείγματος ανάλυσης βάσει της μεθόδου 10.1 ή 10.2 σε γραμμάρια

Υπολογισμός του συντελεστή αραίωσης D : Αν (a_1), (a_2), (a_3) ...., (a_i) και (a) είναι οι κατάλληλες ποσότητες και (v_1), (v_2), (v_3) ...,(v_i) και (100) οι όγκοι, σε ml, των αντίστοιχων αραιώσεών τους, ο συντελεστής αραίωσης D είναι ίσος με:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times ..... \times (v_i/a_i) \times (100/a)>>.$$

Ο Πρόεδρος
Ν. ΧΑΤΖΗΧΡΗΣΤΙΔΗΣ

Η Γραμματέας
ΕΛ. ΠΑΛΛΑΡΗ

Τα Μέλη

Χρ. Τσεκούρας, Κων. Ευσταθίου, Χ. Χαμαλίδης, Ν.Γκέλης, Δ. Φραγκάτος, Θ. Ανδρίτσος, Ρ. Γαμβρός, Α. Τσώλης

II. Η ισχύς της παρούσης αρχίζει από τη δημοσίευσή της στην Εφημερίδα της Κυβερνήσεως.

Η παρούσα να δημοσιευθεί στην Εφημερίδα της Κυβερνήσεως.

Αθήνα, 15 Νοεμβρίου 1996

ΟΙ ΥΠΟΥΡΓΟΙ

ΕΘΝΙΚΗΣ ΟΙΚΟΝΟΜΙΑΣ
ΓΙΑΝΝΟΣ ΠΑΠΑΝΤΩΝΙΟΥ

ΥΦΥΠ. ΟΙΚΟΝΟΜΙΚΩΝ
ΓΕΩΡΓΙΟΣ ΔΡΥΣ

ΓΕΩΡΓΙΑΣ
ΣΤΕΦΑΝΟΣ ΤΖΟΥΜΑΚΑΣ

ΕΘΝΙΚΟ ΤΥΠΟΓΡΑΦΕΙΟ

ΕΦΗΜΕΡΙΔΑ ΤΗΣ ΚΥΒΕΡΝΗΣΕΩΣ

ΚΑΠΟΔΙΣΤΡΙΟΥ 34 * ΑΘΗΝΑ 104 32 * TELEX 223211 YPET GR * FAX 52 34 312

ΠΛΗΡΟΦΟΡΙΕΣ ΕΞΥΠΗΡΕΤΗΣΗΣ ΠΟΛΙΤΩΝ

ΚΕΝΤΡΙΚΗ ΥΠΗΡΕΣΙΑ Σολωμού 51		ΠΕΡΙΦΕΡΕΙΑΚΑ ΓΡΑΦΕΙΑ ΠΩΛΗΣΗΣ Φ.Ε.Κ.	
Πληροφορίες δημοσιευμάτων Α.Ε. - Ε.Π.Ε.	5225761	ΘΕΣΣΑΛΟΝΙΚΗ	
	5230841	25ης Μαρτίου 21 Τ.Κ. 541 00	(031) 423956
Πληροφορίες δημοσιευμάτων λοιπών Φ.Ε.Κ.	5225713	ΠΕΙΡΑΙΑΣ	4136402
	5249547	Νικήτα 6-8 Τ.Κ. 185 31	4171307
Πώληση Φ.Ε.Κ.	5239762	ΠΑΤΡΑ	(061)271249
Φωτοαντίγραφα παλαιών Φ.Ε.Κ.	5248141	Κορίνθου 327 Τ.Κ. 262 23	224581
Βιβλιοθήκη παλαιών Φ.Ε.Κ.	5248188	ΙΩΑΝΝΙΝΑ	
Οδηγίες για δημοσιεύματα Α.Ε. - Ε.Π.Ε.	5248785	Διοικητήριο Τ.Κ. 454 44	(0651)21901
Εγγραφή Συνδρομητών Φ.Ε.Κ. και		ΚΟΜΟΤΗΝΗ	(0531)22637
αποστολή Φ.Ε.Κ. με πληρωμή μέσω Δ.Ο.Υ.	5248320	Δημοκρατίας 1 Τ.Κ. 691 00	26522

ΤΙΜΗ ΦΥΛΛΩΝ ΕΦΗΜΕΡΙΔΟΣ ΤΗΣ ΚΥΒΕΡΝΗΣΕΩΣ	- Μέχρι 16 σελίδες 100 δρχ. - Από 16 σελίδες και άνω προσαύξηση 100 δρχ. ανά 8σέλιδο ή μέρους αυτού

ΕΤΗΣΙΕΣ ΣΥΝΔΡΟΜΕΣ Φ.Ε.Κ.

Τεύχος	Κ.Α.Ε. Προϋπολογισμού 2531	Κ.Α.Ε. εσόδου υπέρ ΤΑΠΕΤ 3512
Α΄ (Νόμοι, Π.Δ., Συμβάσεις κ.τλ.)	30.000 δρχ.	1.500 δρχ.
Β΄ (Υπουργικές αποφάσεις κ.τλ.)	50.000 »	2.500 »
Γ΄ (Διορισμοί, απολύσεις κ.τλ. Δημ. Υπαλλήλων)	10.000 »	500 »
Δ΄ (Απαλλοτριώσεις, πολεοδομία κτλ.)	50.000 »	2.500 »
Αναπτυξιακών Πράξεων (Τ.Α.Π.Σ.)	25.000 »	1.250 »
Ν.Π.Δ.Δ. (Διορισμοί κ.τλ. προσωπικού Ν.Π.Δ.Δ.)	10.000 »	500 »
Παράρτημα (Πίνακες επιτυχόντων διαγωνισμών)	5.000 »	250 »
Δελτίο Βιομηχανικής Ιδιοκτησίας (Δ.Ε.Β.Ι.)	10.000 »	500 »
Ανωτάτου Ειδικού Δικαστηρίου (Α.Ε.Δ.)	3.000 »	150 »
Ανωνύμων Εταιρειών & Ε.Π.Ε.	150.000 »	7.500 »
Προκηρύξεων Α.Σ.Ε.Π.	10.000 »	500 »
ΓΙΑ ΟΛΑ ΤΑ ΤΕΥΧΗ ΕΚΤΟΣ Α.Ε. & Ε.Π.Ε.	120.000 »	6.000 »

* Οι συνδρομές του εσωτερικού προπληρώνονται στα Δημόσια Ταμεία που δίδουν αποδεικτικό είσπραξης (διπλότυπο) το οποίο με τη φροντίδα του ενδιαφερομένου πρέπει να στέλνεται στην Υπηρεσία του Εθνικού Τυπογραφείου.
* Οι συνδρομές του εξωτερικού είναι διπλάσιες των παραπάνω αναφερομένων και μπορεί να στέλνονται με επιταγή και σε ανάλογο συνάλλαγμα στο Διευθυντή Οικονομικού του Εθνικού Τυπογραφείου.
* Η πληρωμή του ποσοστού του ΤΑΠΕΤ που αντιστοιχεί σε συνδρομές, εισπράττεται στην Αθήνα από το Ταμείο του ΤΑΠΕΤ (Καποδιστρίου 34 - Αθήνα) και στις άλλες πόλεις από τα Δημόσια Ταμεία.
* Οι συνδρομητές του εξωτερικού μπορούν να στέλνουν το ποσό του ΤΑΠΕΤ μαζί με το ποσό της συνδρομής.
* Οι Δήμοι και οι Κοινότητες πληρώνουν το μισό χρηματικό ποσό της συνδρομής και ολόκληρο το ποσό υπέρ του ΤΑΠΕΤ.
* Η συνδρομή ισχύει για ένα χρόνο, που αρχίζει την 1η Ιανουαρίου και λήγει την 31η Δεκεμβρίου του ίδιου χρόνου. Δεν εγγράφονται συνδρομητές για μικρότερο χρονικό διάστημα.
* Η εγγραφή ή ανανέωση της συνδρομής πραγματοποιείται το αργότερο μέχρι τον Μάρτιο κάθε έτους.
* Αντίγραφα διπλοτύπων, ταχυδρομικές επιταγές και χρηματικά γράμματια δεν γίνονται δεκτά.

Οι υπηρεσίες κοινού λειτουργούν καθημερινά από 08.00΄ έως 13.30΄

ΑΠΟ ΤΟ ΕΘΝΙΚΟ ΤΥΠΟΓΡΑΦΕΙΟ